Method of manufacturing shaped articles of a 2024 type aluminium alloy

Patent Number:

EP1045043

Publication date:

2000-10-18

Inventor(s):

DIF RONAN (FR); RIBES HERVE (FR); SCHMIDT MARTIN PETER (FR); RAYNAUD

GUY-MICHEL (US)

Applicant(s):

PECHINEY RHENALU (FR)

Requested Patent: F EP1045043

Application

Number:

EP20000420071 20000410

Priority Number(s): FR19990004685 19990412

IPC Classification: C22C21/16; C22F1/057

EC Classification: C22F1/057, C22C21/16

Equivalents:

BR0001563, FR2792001, GB2352453, JP2000328211

Cited Documents: <u>EP0731185</u>; <u>W09629440</u>; <u>EP0489408</u>; <u>US4784921</u>; <u>EP0473122</u>

Abstract

Highly deformed AlCuMg alloy sheet part production, by subjecting hot rolled sheets to forming before and/or after solution annealing and quenching, is new. Highly deformed AlCuMg alloy parts are produced by: (a) casting a slab containing (by wt.) 3.8-4.5% Cu, 1.2-1.5% Mg, 0.3-0.5% Mn, less than 0.25% Si, less than 0.20% Fe, less 0.20% Zn, less than 0.10% Cr, less than 0.10% Zr and less than 0.10% Ti; (b) optionally homogenizing at 460-510 (preferably 470-500) degrees C for 2-12 (preferably 3-6) hr.; (c) hot rolling with a start temperature of 430-470 (preferably 440-460) degrees C; (d) optionally cold rolling the strip; (e) optionally annealing at 350-450 degrees C; (f) cutting into sheets; and (g) forming by e.g. stretch forming, deep drawing, spinning and/or bending before and/or after solution annealing at 480-50 degrees C for 5 min. to 1 hr. and quenching.

Data supplied from the esp@cenet database - I2



Europäisches Patentamt European Patent Office Office européen des brevets



₁₎ EP 1 045 043 A1

(12)

DEMANDE DE BREVET EUROPEEN

(43) Date de publication: 18.10.2000 Bulletin 2000/42

(51) Int CI.7: C22C 21/16, C22F 1/057

(21) Numéro de dépôt: 00420071.3

(22) Date de dépôt: 10.04.2000

AL LT LV MK ROSI

(84) Etats contractants désignés:
AT BE CH CY DE DK ES FI FR GB GR IE IT LI LU
MC NL PT SE
Etats d'extension désignés:

(30) Priorité: 12.04.1999 FR 9904685

(71) Demandeur: Pechiney Rhenalu 75116 Paris (FR)

(72) Inventeurs:

Ribes, Hervé
 63500 Issoire (FR)

Raynaud, Guy-Michel
 26164 Ravenswood, W.V. (US)

 Dif, Ronan 38590 Saint-Etienne-de-Saint-Geoir (FR) Schmidt, Martin Peter 38140 La Murette (FR)

(74) Mandataire: Mougeot, Jean-Claude et al PECHINEY Immeuble "SIS" 217 ,cours Lafayette 69451 Lyon Cedex 06 (FR)

Remarques:

Une requête en rectification du 22.05.2000 concernant les pages 14,17, et 21 a été présentée conformément à la règle 88 CBE. Il est statué sur cette requête au cours de la procédure engagée devant la division d'examen (Directives relatives à l'examen pratiqué à l'OEB, A-V, 3.).

(54) Procédé de fabrication de pièces de forme en alliage d' aluminium type 2024

(57) L'invention concerne un procédé de fabrication de pièces fortement déformées en alliage AlCuMg comportant les étapes suivantes:

a) coulée d'une plaque de composition (% en poids): Cu: 3,8 - 4,5 Mg: 1,2 - 1,5 Mn: 0,3 - 0,5 Si < 0,25 Fe < 0,20 Zn < 0,20 Cr < 0,10 Zr < 0,10 Ti < 0,10, b) éventuellement homogénéisation à une température comprise entre 460 et 510°C entre 2 et 12 h, et préférentiellement à une température comprise entre 470 et 500 °C pour une durée entre 3 et 6 h, c) laminage à chaud avec une température d'entrée

comprise entre 430 et 470°C, et de préférence comprise entre 440 et 460°C,

- d) découpe des tôles,
- e) mise en forme par un ou plusieurs procédés tels que le roulage, l'étirage-formage, l'emboutissage, le fluotoumage ou le pliage.
- f) mise en solution entre 480 et 500°C, d'une durée comprise entre 5 mn et 1 h.
- g) trempe,

la mise en forme pouvant intervenir avant ou après la mise en solution et la trempe.

L'invention s'applique notamment à la fabrication de panneaux de fuselage d'avions.

Description

10

Domaine technique de l'invention

[0001] L'invention concerne un procédé de fabrication de pièces fortement déformées, destinées à la construction mécanique et notamment à la construction aéronautique, mettant en oeuvre des tôles en alliage d'aluminium AlCuMg du type 2024 selon la nomenclature de l'Aluminum Association.

Etat de la technique

[0002] L'alliage 2024 est largement utilisé dans la construction aéronautique et sa composition enregistrée à l'Aluminum Association est la suivante (% en poids):

Si < 0,5 Fe < 0,5 Cu: 3,8 - 4,9 Mn: 0,3 - 0,9 Mg: 1,2 - 1,8 Zn < 0,25 Cr < 0,10 Ti < 0,15

Certaines pièces, réalisées notamment par étirage-formage (on utilise souvent le terme anglais " stretch-forming "), emboutissage, fluotournage, pliage ou roulage, nécessitent, en plus des propriétés habituellement requises pour la construction aéronautique, telles qu'une grande résistance mécanique, ténacité, résistance à la propagation de criques etc, des tôles présentant une bonne formabilité.

[0003] Le brevet EP 0473122 décrit un procédé de fabrication de tôles en alliage de composition (% en poids): Cu: 4 - 4,5 Mg: 1,2 - 1,5 Mn: 0,4 - 0,6 Fe < 0,12 Si < 0,05, comportant un recuit intermédiaire à une température > 488°C. Il enseigne que ces tôles présentent une ténacité et une résistance à la propagation de fissures améliorées par rapport au 2024 conventionnel.

[0004] La demande de brevet EP 0731185 décrit des tôles en alliage 2024 modifié, enregistré ultérieurement à l'Aluminum Association sous la désignation 2024A, présentant un niveau réduit de contraintes résiduelles et une ténacité améliorée pour les tôles fortes, et un allongement amélioré pour les tôles minces. Cette demande limite la teneur en Mn à 0,55% et celle en Fe à 0,25%, avec la relation: 0 < Mn - 2 Fe < 0,2 (les teneurs Mn et Fe étant exprimées en %). [0005] La demande de brevet WO 96/29440 décrit un procédé de fabrication d'un produit en alliage d'aluminium de type 2024, comportant un laminage à chaud, un recuit, un laminage à froid, une mise en solution, une trempe et une déformation à froid minimale, qui peut être une traction, un redressage ou un planage, procédé destiné à améliorer la formabilité. Ayant constaté que l'utilisation d'une base pure (très faible teneur en fer et silicium) et d'une teneur en manganèse inférieure à 0,5 % améliore la formabilité, la demande préconise une composition préférentielle de l'alliage Cu: 4,0 - 4,4 , Mg: 1,25 - 1,5 , Mn: 0,35 - 0,5 , Si < 0,12 , Fe < 0,08 , Ti < 0,06. Le recuit intermédiaire entre laminage à chaud et laminage à froid est présenté comme favorable à la résistance mécanique et à la ténacité. Cette étape supplémentaire et inhabituelle du procédé comporte cependant des inconvénients économiques. Elle ne résout pas non plus le problème posé par le marché, à savoir de fournir des tôles ayant des caractéristiques telles que leur mise en forme soit simplifiée.

Problème posé

35

[0006] Pour diminuer le coût de fabrication, les constructeurs aéronautiques cherchent à minimiser le nombre des étapes de formage des tôles, et à utiliser des tôles pouvant être fabriquées de manière peu onéreuse à l'aide de gammes de transformation courtes, c'est-à-dire comprenant aussi peu d'étapes individuelles que possible. Pour les panneaux de fuselage, la pratique actuelle des constructeurs aéronautiques consiste à approvisionner des tôles laminées à chaud ou à froid selon l'épaisseur requise, à l'état brut de fabrication (état " F " selon la norme EN 515) ou à l'état recuit (état " O ") ou à l'état trempé mûri (état " T3 " ou " T4 "), à les soumettre à un traitement thermique de mise en solution suivi d'une trempe, puis à les mettre en forme et à les soumettre à un vieillissement naturel ou artificiel, de manière à obtenir les caractéristiques mécaniques requises.

D'une manière générale, après mise en solution et trempe, les tôles se trouvent dans un état caractérisé par une bonne tormabilité, mais cet état est instable (état " W "), et la mise en forme doit intervenir sur trempe fraîche, c'est-à-dire à l'intérieur d'un bref délai après la trempe, de l'ordre de quelques dizaines de minutes à quelques heures. Si cela n'est pas possible pour des raisons de gestion de la production, la tôle doit être stockée dans une chambre froide à une température suffisamment basse et pour une durée suffisamment courte de façon à éviter la maturation naturelle. Pour des pièces volumineuses et fortement formées, ce traitement thermique de mise en solution nécessite des fours de grande dimension, ce qui rend l'opération incommode, y compris par rapport à la même opération effectuée sur tôle plane. Le besoin éventuel d'une chambre froide rajoute aux coûts et inconvénients de l'état de la technique. Pour des pièces fortement déformées, cette opération doit éventuellement être répétée, si le matériau ne présente pas, à l'état métallurgique dans lequel il se trouve, une formabilité suffisante permettant d'atteindre la forme voulue en une seule

[0007] En partant de l'état F, la seule mise en forme possible est un roulage. La tôle roulée est alors mise en solution

et trempée, et on procède à une deuxième mise en forme soit sur trempe fraîche, soit après stockage dans une chambre froide. Dans tous les autres cas, la tôle est directement mise en solution et trempée avant mise en forme. Lorsqu'on part d'une tôle à l'état O, on effectue une première opération de mise en forme à partir de cet état, et une deuxième mise en forme après mise en solution et trempe. Cette variante est utilisée lorsque la mise en forme visée est trop importante pour pouvoir être effectuée en une seule opération à partir d'un état W, mais peut cependant être effectuée en deux passes à partir de l'état O. A cet état, la tôle est certes moins formable, mais l'état O est plus facile à utiliser que l'état W, qui est instable, et nécessite un traitement thermique supplémentaire. Toutefois, la fabrication de la tôle à l'état O fait intervenir un recuit final de la tôle brute de laminage, et donc une étape de fabrication supplémentaire, ce qui est contraire au but de simplification visé par la présente invention.

Dans certains cas, même en partant d'une tôle à l'état W, qui présente généralement la meilleure formabilité, on ne peut éviter de recourir à une deuxième étape de mise en forme après mise en solution et trempe; ceci constitue la troisième variante du procédé qui correspond à l'art antérieur.

[0008] Cette façon de travailler les tôles en alliage 2024 par mise en forme profonde et, le cas échéant, sur trempe fraîche, tend à se développer de plus en plus dans la mesure où on s'oriente vers des pièces individuelles de taille plus importante pour réduire le nombre d'assemblages, ce qui répond à des objectifs à la fois techniques (les assemblages sont des sites d'initiation de corrosion et de criques de fatigue) et économiques (l'opération d'assemblage représente une part importante du coût de fabrication d'un avion). Par ailleurs, l'utilisation de pièces de grande taille permet de réduire le poids de l'avion.

Dans tous les cas, au cours de la dernière transformation, les propriétés de tolérance aux dommages se dégradent sous l'effet de l'écrouissage associé à cette déformation.

[0009] Le but de l'invention est donc de simplifier le procédé de fabrication de pièces formées, et notamment de pièces fortement déformées par un ou plusieurs procédés tels que l'étirage-formage, l'emboutissage, le fluotournage ou le pliage, par l'association d'une composition chimique optimisée et de procédés de fabrication particuliers, permettant d'éviter autant que possible la mise en solution sur tôle formée.

Il va de soi que tout nouveau procédé de fabrication de pièces fortement déformées doit aboutir à des pièces ayant des caractéristiques mécaniques et d'emploi au moins aussi bonnes que les produits existants. Un autre but de l'invention est d'obtenir des pièces dont les propriétés de tolérance aux dommages ne se dégradent

pas après déformation.

30 Objet de l'invention

15

20

35

40

55

[0010] L'invention a pour objet un procédé de fabrication de pièces tortement déformées en alliage AlCuMg de type 2024 comportant les étapes suivantes:

- a) coulée d'une plaque de composition (% en poids): Cu: 3,8- 4,5 Mg: 1,2 1,5 Mn: 0,3 0,5 Si < 0,10 Fe < 0,20 Zn < 0,20 Cr < 0,05 Zr < 0,03 Ti < 0,05
 - b) éventuellement homogénéisation de cette plaque à une température comprise entre 460 et 510°C, et de prétérence entre 470 et 500°C pour une durée de 3 à 6 h,
 - c) laminage à chaud avec une température d'entrée comprise entre 430 et 470°C, et de préférence entre 440 et 460°C, pour obtenir une bande
 - d) éventuellement laminage à froid de la bande,
 - e) éventuellement recuit de la bande,
 - f) découpe de la bande en tôles.
 - g) mise en solution entre 480 et 500°C, d'une durée comprise entre 5 mn et 1 h,
- 45 h) trempe
 - i) mise en forme par étirage-formage, emboutissage, fluotournage ou pliage, cette mise en forme pouvant également intervenir après l'étape f).

[0011] De préférence l'alliage a une teneur en cuivre comprise entre 3,9 et 4,3% (et encore de préférence entre 3,9 et 4,2%), une teneur en magnésium entre 1,2 et 1,4% (et encore de préférence entre 1,25 et 1,35%), une teneur en manganèse entre 0,3 et 0,45% une teneur en fer < 0,10%, une teneur en silicium < 0,10% (et de préférence < 0,08%), une teneur en titane, chrome et zirconium < 0,07% (de préférence < 0,05%). Le procédé selon l'invention permet d'utiliser éventuellement des tôles plaquées, par exemple des tôles recouvertes d'un placage en alliage plus résistant à la corrosion, comme c'est le cas habituellement pour les tôles de revêtement de fuselage d'avion.

Description de l'invention

[0012] Une première caractéristique de l'invention consiste à utiliser un alliage modifié par rapport au 2024 tradition-

nel. La première modification consiste à réduire les teneurs en Si et Fe respectivement en dessous de 0,25 et 0,20%, et de préférence en dessous de 0,10%. D'autre part, la teneur en Mn est également réduite en dessous de 0,5% et de préférence en dessous de 0,45%. Enfin, la teneur en Cu est également légèrement réduite et maintenue en dessous de 4,5%, et de préférence en dessous de 4,3%, voire de 4,2%. La teneur en Mg est aussi un peu réduite, et maintenue au dessous de 1,5%, de préférence entre 1,2 et 1,4%, voire entre 1,25 et 1,35%.

La demanderesse a observé que cette composition, suggérée par l'art antérieur, ne permet pas à elle seule d'atteindre la formabilité requise.

[0013] L'alliage est coulé en plaques, qui sont éventuellement homogénéisées à une température comprise entre 460 et 510°C (de préférence entre 470 et 500°C) pendant 2 à 12 h (de préférence 3 à 6 h). On procède éventuellement à un scalpage des plaques. Le laminage à chaud se fait avec une température d'entrée comprise entre 430 et 470°C, et de préférence entre 440 et 460°C. La température de sortie des bandes se fait de préférence à une température plus élevée que la température habituelle, > 300°C, et préférentiellement > 310°C, notamment dans le cas où une partie de la mise en forme se fait avant mise en solution.

A la sortie du laminage à chaud les bandes sont bobinées. Elles présentent à ce stade un allongement de plus de 13,5%, et le plus souvent supérieur à 15% dans les sens L et TL. Elles peuvent éventuellement être laminées à froid si l'épaisseur requise n'est pas accessible par laminage à chaud. Les bandes sont ensuite découpées en tôles.

[0014] Une première variante de l'invention consiste à effectuer la mise en forme, par étirage-formage, emboutissage, fluotournage ou pliage, directement sur cet état F sans recuit ni autre traitement préalable. La tôle partiellement mise en forme est ensuite mise en solution à une température comprise entre 480 et 500°C pendant une durée comprise entre 5 mn et 1 h, puis trempée, généralement à l'eau froide.

La mise en forme se fait en deux ou plusieurs passes. La pièce fraîchement trempée (moins d'une heure) peut subir immédiatement une nouvelle mise en forme, ou bien elle est transférée dans une chambre froide à une température inférieure à 10 °C et préférentiellement inférieure à 0 °C, et mise en forme à la sortie de la chambre froide. On peut utiliser des tôles plaquées sur une ou deux faces, ce qui est le cas le plus fréquent pour les panneaux de fuselage d'avion, plaquées d'un alliage de la série 1000, par exemple les alliages 1050, 1100, 1200, 1135, 1145, 1170, 1175, 1180, 1185, 1188, 1199, 1230, 1235, 1250, 1285, 1350 ou 1435.

[0015] Une deuxième variante consiste à effectuer la mise en forme sur des tôles ayant subi une mise en solution et une trempe. La mise en forme peut se faire à l'état T3 ou T4 (trempé et mûri avec ou sans écrouissage ultérieur) ou, pour les pièces plus déformées, sur l'état W, c'est-à-dire moins d'une heure après la trempe, ou sur une tôle stockée dans une chambre froide immédiatement après trempe.

Dans le cas où on utilise des tôles à l'état T3 ou T4, ces tôles présentent un compromis entre leur résistance mécanique et leur formabilité correspondant à au moins un des ensembles de propriétés suivants:

a)

15

25

30

35

40

5C

 une valeur moyenne des trois valeurs de l'allongement A mesurées dans les sens TL, L et à 45°, supérieur à 20% et de préférence supérieur à 22%, et

- une valeur moyenne des trois valeurs R_{p0,2} mesurées dans les sens TL, L et à 45°, supérieure à 305 MPa, et

- une valeur LDH supérieure à 72 mm pour une épaisseur de 1,6 mm, ou une valeur LDH supérieure à 76 mm pour une épaisseur de 3,2 mm, ou une valeur LDH supérieure à 80 mm pour une épaisseur comprise entre 4 et 7 mm.

b)

une valeur moyenne des trois valeurs R_{p0,2} mesurées dans les sens TL, L et à 45°, supérieure à 305 MPa, et une valeur moyenne des trois valeurs Ag mesurées dans les sens TL, L et à 45°, supérieure à 18%.

c)

- une valeur moyenne des trois valeurs de l'allongement A mesurées dans les sens TL, L et à 45°, supérieure à 22%, et
- une valeur moyenne des trois valeurs R_{p0,2} mesurées dans les sens TL, L et à 45°, supérieure à 305 MPa, et
- une valeur moyenne des trois valeurs Ag % mesurées dans les sens TL, L et à 45°, supérieure à 18%.

55 d)

une valeur moyenne des trois valeurs R_{p0,2} mesurées dans les sens TL, L et à 45° supérieure à 305 MPa, et
 une valeur moyenne des trois valeurs de traction plane Atp mesurées dans les sens TL, L et à 45°, supérieure

à 18 %,

5

10

15

20

30

40

50

55

une valeur LDH supérieure à 72 mm pour une épaisseur de 1,6 mm, ou une valeur LDH supérieure à 76 mm pour une épaisseur de 3,2 mm, ou une valeur LDH supérieure à 80 mm pour une épaisseur comprise entre 4 et 7 mm.

[0016] Ces tôles à l'état T3 ou T4 présentent une formabilité caractérisée par l'une au moins des trois propriétés suivantes:

- (a) la valeur LDH est supérieure à 40 mm pour une épaisseur inférieure à 4 mm, ou supérieure à 74 mm pour une épaisseur supérieure à 4 mm,
- (b) la courbe limite de formage montre un coefficient $\varepsilon_1 > 0,18$ pour L = 500 mm pour une épaisseur entre 1,4 mm
- (c) la courbe limite de formage montre un coefficient $\varepsilon_1 > 0,35$ pour L = 500 mm pour une épaisseur entre 5,5 mm et 8 mm.

[0017] Elles présentent par ailleurs des propriétés améliorées de tolérance aux dommages caractérisées par l'une au moins des propriétés suivantes :

- (a) K_c (L-T) > 120 MPa√m
- (b) K_∞ (L-T) > 90 MPa√m
- (c) K_c (T-L) > 125 MPa√m
- (d) K_{c0} (T-L) > 80 MPa√m

[0018] Les pièces réalisées avec des tôles aussi bien à l'état T3 ou T4 qu'à l'état W ne montrent que très peu de détérioration de la tolérance aux dommages après la dernière opération de mise en forme, si son amplitude est infé-25 rieure à 6%.

Les différents paramètres utilisés ci-dessus, ainsi que dans les exemples qui suivent, pour caractériser la formabilité, terme générique indiquant la facilité relative d'un métal à se déformer, sont définis de la manière suivante: A partir d'un essai de traction uniaxiale selon la norme EN 10002-1, effectué pour une épaisseur de tôle supérieure ou égale à 3 mm avec une éprouvette proportionnelle ayant une longueur initiale entre repères Lo proportionnelle à l'aire de la section initiale So selon la relation Lo = 5,65√So, et pour une épaisseur de tôle inférieure à 3 mm avec une éprouvette non-proportionnelle de type 1 selon EN 10002-1, Tableau 4, on obtient les paramètres suivants

- $R_{p0,2}$: limite conventionnelle d'élasticité à 0,2 % d'allongement permanent (en MPa);
- R_m: résistance à la rupture (en MPa) 35
 - A: allongement après rupture (en %), représenté parfois par le symbole * A% *;
 - A_g: allongement non proportionnel sous charge maximale, appelé également allongement réparti (en %).

Pour chaque tôle, trois prélèvements différents sont généralement effectués: dans le sens du laminage (sens L), dans le sens travers-long (TL), et à 45° entre les sens L et TL.

Toutes les valeurs issues d'un essai de traction uniaxiale sont des valeurs moyennes obtenues à partir de deux éprouvettes prélevées au même endroit.

[0019] L'allongement réparti est la différence d'allongement entre le début et la fin du domaine de déformation plastique, c'est-à-dire du domaine de déformation permanente avant striction, de la courbe de déformation.

[0020] L'allongement à traction plane Atp correspond à l'allongement à la rupture dans un essai de traction dit de traction plane, dans lequel, contrairement à l'essai de traction uniaxiale, on s'arrange pour avoir une déformation à deux dimensions, donc dans un plan, et non à trois dimensions, c'est-à-dire que $\epsilon_2 = 0$ au lieu de $\epsilon_2 = -\epsilon_1/2$.

[0021] Le paramètre LDH (limit dome height) est largement utilisé pour l'évaluation de l'emboutissabilité des tôles d'épaisseur 0,5 à 2 mm. Il a fait l'objet de nombreuses publications, notamment:

R. Thompson, *The LDH test to evaluate sheet metal formabiblity - Final report of the LDH committee of the North American Deep Drawing Research Group*, SAE conference, Detroit, 1993, SAE paper no. 930815;

R. A. Ayres, W.G. Brazier and V.F. Sajewski, "Evaluating the GMR limiting dome height test as a new measure of press formability near plane strain*, J. Appl. Metalworking, 1979, vol. 1, pp. 41-49;

J. M. Story, "Comparison of Correlations between Press performance and Dome tests results using two dome test procedures", J. Appl. Metalworking, 1984, vol. 3, pp. 292-300.

L'essai LDH est un essai d'emboutissage à flan bloqué en périphérie par un jonc. La pression de serre-flan assurant

ce blocage est 240 MPa. Ce flan, de taille 500 x 500 mm, est sollicité en bi-expansion équiaxe. La lubrification entre le poinçon et la tôle est assurée par un film plastique et de la graisse. La valeur LDH est le déplacement du poinçon à rupture, soit la profondeur limite de l'emboutissage. On établit la moyenne entre trois essais.

La même méthode peut être utilisée pour caractériser la formabilité des tôles de plus forte épaisseur (de 3 à 9 mm), mais il faut alors utiliser un outillage de plus grande taille (poinçon Ø = 250 mm).

[0022] Le retour élastique R_e est déterminé par un essai de pliage sous tension qui permet de comparer le retour élastique de différentes nuances (tôles d'égale épaisseur) pour une déformation donnée.

Une éprouvette plate de longueur L = 250 mm, largeur λ = 12 mm et épaisseur 0,1 mm < e < 5 mm est insérée entre deux mors de serrage autobloquants et maintenue sous traction grâce à un vérin hydraulique, solidaire du mécanisme d'essai. L'effort de traction, préalablement défini, est maintenu constant tout au long du pliage, grâce à la régulation hydraulique par servovalve du vérin de traction. La boucle de régulation intègre l'effort de tension par mesure avec un capteur piézo-électrique (rondelle Kistler). L'effort de tension dépend de l'alliage et de l'épaisseur de l'éprouvette.

Un capteur de déplacement, relié à l'ordinateur d'acquisition, permet le contrôle en continu des paramètres de l'essai et calcule l'angle de pliage de l'éprouvette. Un poinçon de forme, solidaire du bâti supérieur de la machine de traction, sert d'appui à l'éprouvette. L'angle de pliage utilisé lors des essais était de 140°, pour un poinçon de rayon r = 70 mm. Chaque échantillon plié est contrôlé après démontage à l'aide d'un profilomètre à palpeur. Ce dispositif de mesure permet d'évaluer l'angle final ainsi que le rayon de courbure obtenu.

La traction appliquée sur l'éprouvette, correspondant à la déformation plastique souhaitée, est déterminée à l'aide de la courbe rationnelle de traction en relevant graphiquement la contrainte équivalente au taux de déformation visé. Le taux de déformation initial, définissant l'effort de pliage, était maintenu constant lors de l'essai à 0,2 %.

Le retour élastique est donné par la formule :

$$R_o = \frac{\alpha_f \alpha_o}{180 - \alpha_o}$$

avec

25

30

35

40

α_f = angle mesuré par le profilomètre (en °)

α_o = angle mesuré lors du pliage par le PC (en °)

R_e = retour élastique (vaut 0 pour un retour nul et 1 pour un retour total).

Le calcul par mesure du rayon de courbure donne des valeurs moins dispersées et s'effectue de la manière ci-après :

 $R_e = 1 - \frac{R_0}{R_i}$

avec

R_o = rayon poinçon

R_f = rayon mesuré au profilomètre

R_e = retour élastique (vaut 0 pour un retour nul et 1 pour un retour total).

5 En pratique, afin de faciliter le déroulement et la fiabilisation des opérations de mise en forme, on recherche un retour élastique R_e aussi faible que possible, et idéalement égal à zéro

[0023] Les courbes limites de formage sont déterminées selon la norme ISO 12004 (1987). Des formats rectangulaires de dimension 500 x L (L égal à 300 mm ou 500 mm), sont emboutis selon l'essai LDH après avoir été préalablement imprimés d'une grille (maille 2 x 2 mm²). L'essai avec L = 500 mm conduit après emboutissage à : $\epsilon_1 \equiv \epsilon_2$ (déformation bi-axiale); l'essai avec L = 300 mm conduit après emboutissage à $\epsilon_2 \cong 0$ (déformation plane).

Après rupture, les formats sont analysés à l'aide du système automatique CamSys au voisinage de la zone de fissuration. Le logiciel Asame-CamSys, permet d'établir une cartographie des déformations des zones mesurées comme décrit par J. H. Vogel and D. Lee, "The automated measurement of strains from three dimensional deformed surfaces", J. O. M., vol. 42, 1990, pp. 8-13. Les déformations limites avant striction localisée sont ainsi estimées et portées sur un diagramme de formage avec les coordonnées ε₁ et ε₂.

[0024] La tolérance aux dommages est caractérisée selon la norme ASTM E561 (essai de courbe R). L'essai a été réalisé sur des éprouvettes à fissure centrale de largeur W = 400 mm pour une longueur de fissure 2a₀ = 133 mm. On mesure à la fois le facteur critique d'intensité de contrainte en contrainte plane K_c et le facteur d'intensité de contrainte

apparent K_{c0} (désigné parfois également par le sigle K_{app}).

Exemples

Exemple 1 5

[0025] On a élaboré divers alliages dont les compositions sont indiquées dans le Tableau 1. Des plaques de laminage ont été coulées, scalpées, puis homogénéisées à une température comprise entre 460 °C et 510 °C pendant 2 h à 12 h. Après placage avec un alliage 1050, les plaques ont été laminées à chaud jusqu'à une épaisseur finale supérieure ou égale à 4 mm; pour des épaisseurs inférieures, on a laminé les bandes à froid. Les tôles ont été caractérisées à l'épaisseur finale ; les résultats sont rassemblés dans le tableau 2. Les exemples 1a, 1b, 1k, 1L, 1m, 1n, 1p et 1q correspondent à la présente invention. Les exemples 1c, 1d, 1e, 1f, 1g, 1h, 1i et 1j correspondent à l'art antérieur.

15

20

25

30

35

40

45

| Tableau | 1 |
|---------|---|
| | _ |

| Exemple | Cu (%) | Mg (%) | Mn (%) | Fe (%) | Si (%) | Selon |
|---------|-----------|-----------|-----------|-----------|-----------|-----------|
| 1a | 4,00 | 1,25 | 0,43 | 0,066 | 0,036 | Invention |
| 1b | 4,03 | 1,28 | 0,41 | 0,07 | 0,04 | Invention |
| 1c | 4,24 | 1,36 | 0,51 | 0,17 | 0,09 | Art ant. |
| 1d | 4,29 | 1,40 | 0,46 | 0,20 | 0,11 | Art ant. |
| 1e | 4,17 | 1,41 | 0,49 | 0,18 | 0,11 | Art ant. |
| 11 | 4,25 | 1,44 | 0,47 | 0,18 | 0,08 | Art ant. |
| 1g | 4,25 | 1,44 | 0,47 | 0,18 | 0,08 | Art ant. |
| 1h | 4,25 | 1,44 | 0,47 | 0,18 | 0,08 | Art ant. |
| 1i | 4,32 | 1,43 | 0,48 | 0,18 | 0,10 | Art ant. |
| 1j | 4,20 | 1,38 | 0,50 | 0,17 | 0,07 | Art ant. |
| 1k | 4,17 | 1,41 | 0,49 | 0,18 | 0,11 | Invention |
| 11 | 4,17 | 1,41 | 0,49 | 0,18 | 0,11 | Invention |
| 1m | 4,18 | 1,46 | 0,47 | 0,18 | 0,09 | Invention |
| 1n | 4,18 | 1,46 | 0,47 | 0,18 | 0,09 | Invention |
| 1p | 3,99 | 1,31 | 0,40 | 0,08 | 0,03 | Invention |
| 1q | 3,99 | 1,31 | 0,40 | 0,08 | 0,03 | Invention |

| | | _ | | | | | | | | - | | | | | | | | - 1 | - 1 | - 1 | - 1 | - 1 |
|------------|---|-----------|--------------------------|----------|-------------|----------|----------|-------|------|------|------|------|------------|------|------|----------|----------|-----------|---------|-----------|----------|---|
| | | | LDH | [mm] | | 48,7 | 82,2 | 36.0 | 9,89 | | | | | | | | | | | | | |
| 5 | | | age | mm | 23 | 0,05 | 0,21 | 0,07 | 0.08 | | | | | | | | | | | | | |
| 10 | | | Courbe limite de formage | L=300 mm | 13 | 0,12 | 0,34 | 0,12 | 0,27 | | | | | | | | | | | | | (ex 1c). |
| | | | be limite | шш | 23 | 0,21 | 0,37 | 0,12 | 0,25 | | | | | | | | | | | | | 4,1 mm |
| 15 | | | Cour | L=500 mm | 13 | 0,23 | 0,46 | 0,13 | 0,29 | | | | | | | | | | | | | x 1a) on |
| 20 . | | | A% (TL) | [%] | | 5,8 | 13,7 | 4,3 | 11,6 | 9,1 | 10,4 | 6,6 | 11,6 | 10,6 | 10,5 | 16,1 | 15,8 | 14,3 | 15,7 | 16,9 | 16,8 | 1 : 4,0 mm (e |
| 25 | • | 2 | Rp0,2 (TL) | [MPa] | | 244 | 164 | 248 | 177 | 216 | 199 | 201 | 178 | 192 | 186 | 157 | 158 | 173 | 159 | 147 | 149 | (*) obtenue par laminage à froid, épaisseur de fin de laminage à chaud : 4,0 mm (ex 1a) ou 4,1 mm (ex 1c) |
| 30 | • | Tableau 2 | Rm (TL) | [MPa] | | 272 | 217 | 274 | 232 | 253 | 238 | 239 | 218 | 226 | 224 | 201 | 201 | 210 | 200 | 190 | 191 | le fin de lam |
| 3 5 | | | A% (L) | [%] | | 5,3 | 14,5 | 5,1 | 12,1 | 10,9 | 11,7 | 10,7 | 12,5 | 11,9 | 12,0 | 16,4 | 16,7 | 15,1 | 15,5 | 16,3 | 17,3 | spaisseur o |
| | | | Rp0.2 (L) | [MPa] | | 236 | 153 | 240 | 166 | 198 | 183 | 187 | 163 | 175 | 172 | 146 | 146 | 158 | 145 | 136 | 137 | ge à froid, |
| 40 | | • | R, (L) | | | 262 | 213 | 260 | 232 | 249 | 237 | 241 | 220 | 226 | 224 | 201 | 201 | 209 | 199 | 192 | 191 | ar lamina |
| 4 5 | | | Tsortie | | | 307 | 286 | 302 | 261 | 266 | 270 | 275 | 298 | 296 | 276 | 335 | 332 | 315 | 331 | 333 | 335 | btenue pi |
| 50 | | | ep. finale | | | 1.6 * | 6.3 | 1.6 * | 6,0 | 8,0 | 6.0 | 0.9 | 0.9 | 4.0 | 9,4 | 5,0 | 5.0 | 5.0 | 5.0 | 0.9 | 0.9 | j. |
| 55 | | | Exemple | | | la (inv) | 1b (inv) | 10 | 14 | 16 | 1.0 | . c | <u>ا</u> و | - | := | 1k (inv) | 11 (inv) | Im (inv.) | 1 (inv) | (nui) (1) | 10 (inv) | |

[0026] On constate que le choix judicieux de la composition chimique, suggéré par WO 96/29440, ne suffit pas à lui seul à améliorer la formabilité d'une façon conforme à l'objectif de la présente invention. En revanche, la demanderesse a observé que le choix d'une température de sortie du laminoir à chaud élevée conduit à une amélioration de la formabilité, exprimée par l'allongement à rupture A. l'effet de la composition chimique (notamment Cu < 4,3 et préférentiellement < 4,2; Si < 0,10; Fe < 0,10) n'étant qu'auxiliaire.

[0027] On voit que le procédé selon l'invention assure une meilleure aptitude à la mise en forme à l'état F, exprimée en termes de A%, de LDH ou de CLF, que le procédé selon l'art antérieur. Plus particulièrement, une bande laminée à froid selon l'invention a une valeur de LDH supérieure à 42 mm et préférentiellement supérieure à 44 mm, tandis qu'une bande laminée à chaud a une valeur de LDH supérieure à 73 et préférentiellement supérieure à 75 mm. On voit également que pour une épaisseur donnée, la composition préférentielle donne une meilleure formabilité que la composition traditionnelle.

[0028] Les caractéristiques mécaniques du produit intermédiaire (R_m, R_{p0,2} etc.) n'ont pas d'importance dans cette situation, à condition que le produit fini à l'issue de l'ensemble du procédé possède des caractéristiques mécaniques au moins aussi élevées que le produit issu du procédé selon l'art antérieur. A l'état T42, tel que défini par le projet de norme prEN 4211 de juillet 1995, pour une épaisseur de 6 mm et avec une gamme de fabrication identique, les deux produits ont des propriétés mécaniques équivalentes.

Pour le procédé selon l'invention, on note également un effet cumulé de la température de sortie du laminoir à chaud (ex. 1e et 1j comparés à 1k et 1n) et de la composition chimique (ex 1p et 1q comparés à 1k et 1n).

[0029] La valeur de la LDH et le niveau des courbes CLF sont plus faibles pour une tôle écrouie à froid que pour une tôle qui n'a subi qu'un laminage à chaud ; cet effet est connu. En revanche, la demanderesse a eu la surprise de constater que pour un procédé donné (laminage à chaud ou laminage à chaud suivi d'un laminage à froid) et à épaisseur comparable, la valeur de LDH, qui est un des paramètres pertinents pour mesurer la formabilité, augmente significativement lorsque la composition chimique se situe à l'intérieur d'un domaine préférentiel : Cu 3,9 - 4,3 et préférentiellement 3,9 - 4,2, Mg 1,2 - 1,4 et préférentiellement 1,25 - 1,35, Mn 0,30 - 0,45, Si < 0,10 et préférentiellement < 0,08, Fe < 0,10. Par ailleurs, la demanderesse a trouvé que la formabilité est encore améliorée lorsque certains éléments d'addition et d'impuretés sont strictement contrôlés, de la façon suivante: Zn < 0,20%, Cr < 0,07% et de préférence < 0,05%, Zr < 0,07% et de préférence < 0,05%, Ti 0,07 % et de préférence < 0,05%.

Exemple 2

30

[0030] On a élaboré divers alliages dont les compositions sont indiquées dans le Tableau 3. Des plaques de laminage ont été coulées, scalpées, puis homogénéisées à une température comprise entre 470 °C et 510 °C pendant 2 h à 12 h. Après placage avec un alliage 1050, les plaques ont été laminées à chaud (procédé abrégé " LàC ") jusqu'à une épaisseur finale supérieure ou égale à 4 mm; pour des épaisseurs inférieures, on a laminé les bandes à froid. Après découpe des bandes en tôles, celles-ci ont été soumises à une mise en solution typique pour ces types d'alliages (voir prEN 4211 de juillet 95), trempées et caractérisées 30 minutes après la trempe. Les résultats sont rassemblés dans le tableau 4. Afin de pouvoir comparer de façon rigoureuse les échantillons, la mise en solution et la trempe ont été effectuées sur des éprouvettes usinées prêtes à l'emploi, et pour chaque caractérisation des propriétés mécaniques, la déformation a débuté exactement 30 minutes après la fin de la trempe. Les exemples 2a, 2b, 2e, 2j, 2k, 2n correspondent à la présente invention. Les exemples 2h, 2L, 2m, 2p correspondent à l'art antérieur.

[0031] On voit que le procédé selon l'invention conduit, à épaisseur comparable, à une meilleure formabilité à l'état W, telle qu'elle ressort des propriétés suivantes: allongement total A%, allongement réparti A_g , allongement en traction plane A_{tp} , LDH, CLF. En ce qui concerne la courbe limite de formage, on constate que, dans le cas de l'invention, pour une tôle d'épaisseur 5 mm (ex. 2n), on a, contrairement à une tôle selon l'art antérieur pratiquement de la même épaisseur (ex. 2p) un coefficient $\epsilon_1 > 0$,18 pour L = 500 mm, et $\epsilon_2 > 0$,22 pour L = 500 mm.

[0032] L'avantage du procédé selon l'invention par rapport à l'art antérieur est donc de pouvoir effectuer des mises en forme plus profondes à l'état W, voire d'éliminer une mise en solution intermédiaire pour les mises en forme très profondes.

Il a été ainsi possible de fabriquer des pièces en une seule passe, alors que selon l'art antérieur, deux passes étaient nécessaires pour les réaliser.

Tableau 3

| Ex | Cu | Mg | Mn | Fe | Si | ép. bobinage | temp. De | mise en solution | épaisseur |
|------|------|------|----------------|----------------------------|-------|--------------|----------------|------------------|-----------|
| | | | | | | après LàC | bobinage après | | finale |
| | (%) | (%) | (%) | (%) | (%) | [mm] | LaC [°C] | | [mm] |
| | 4,12 | | 1,29 0,49 | 0,17 | 0,08 | 4,0 | 290 | 496°C / 13 min | 1,6 |
| 2b | 4,17 | 1,37 | 1,37 0,48 | 0,18 | 0,10 | 4,4 | 291 | 496°C / 13 min | 1,6 |
| 2¢ | 4,05 | | 1,27 0,41 | 90'0 | 0,04 | 4,0 | 307 | 496°C / 13min | 1,6 |
| 2h | 4.39 | 1,48 | 6,63 | 1,48 0,63 0,18 0,09 | 60,0 | 4,0 | 287 | 496°C / 13 min | 1,6 |
| 2. | 4.31 | 1,38 | 0,34 | 1,38 0,34 0,13 0,08 | 80,0 | 5,8 | 324 | 498°C / 13 min | 3,2 |
| 7 | 4.15 | 1,32 | 0,39 | 4,15 1,32 0,39 0,078 0,040 | 0,040 | 5,8 | 279 | 498°C / 13 min | 3,2 |
| 21. | 4.24 | 1.51 | 4.24 1.51 0,62 | 0,16 0,07 | 0,07 | 5,8 | 291 | 498°C / 13 min | 3,2 |
| 2m | 4.35 | 1.51 | 0,64 | 4.35 1.51 0,64 0,19 0,11 | 0,11 | 5,9 | 307 | 498°C / 13 min | 3,2 |
| 2,1 | 4.00 | 1.25 | 0,43 | 1,25 0,43 0,066 0,036 | 0,036 | 5,0 | 307 | 500°C / 33 min | 5,0 |
| 2, 2 | 4 37 | 141 | 0.50 | 4 3 | 0.00 | 5,1 | 325 | 498,5°C / 23 min | 5,1 |

5

5

Tableau 4

| Ex | R, | R _{p0,2} [MPa] | PaJ | R | R _m [MPa] | | 7 | A [%] | | V | Ag [%] | | | A _{tp} [%] | | LDH | | CLF | íŁ | |
|----|------|-------------------------|-----|---------|------------------------------|------|-----------|-------|------|----------|--------|------|------|--|------|--------------------------|------|----------------------|---------------------------|-----|
| | 1 | 1 | С | | L L 45° TL L 45° TL L 45° TL | 450 | TL | 1 | 45° | TL | ١ | 45° | TL | L | 45° | 1 | L=5 | $L=500 \qquad L=300$ | $\mathbf{L} = \mathbf{I}$ | 00 |
| | | | | | | | | | | | | | | | | | 13 | 23 | 13 | 23 |
| | 158 | 158 172 | 161 | 350 | 362 | 353 | 26,8 | 19,5 | 26,2 | 22,5 | 17,5 | 23,5 | 20,7 | 161 350 362 353 26,8 19,5 26,2 22,5 17,5 23,5 20,7 20,0 20,5 | 20,5 | | | | | |
| 2b | 159 | 179 | 162 | 355 | 368 | 356 | 25,3 | 20,6 | 26,6 | 22 | 18,5 | 23,5 | 20,6 | 355 368 356 25,3 20,6 26,6 22 18,5 23,5 20,6 19,1 22,3 | 22,3 | | | | | |
| 2h | 182 | 193 | 181 | 381 | 390 | 3.77 | 24,4 | 18,8 | 23,2 | 22,5 | 17,8 | 21,5 | 19,3 | 81 390 377 24,4 18,8 23,2 22,5 17,8 21,5 19,3 18,9 22,6 | 22,6 | | | | | |
| 2; | 198 | 205 | 194 | 402 | 398 | 382 | 31,4 | 28 | 29,1 | 27.5 | 24,5 | 25,5 | 23,5 | 02 398 382 31,4 28 29,1 27,5 24,5 25,5 23,5 19,5 23,8 | 23,8 | | | | | |
| 7k | 182 | 222 | 192 | 377 | 406 | 379 | 32 | 25,7 | 29,4 | 28,5 | 23 | 26 | 24,6 | 377 406 379 32 25,7 29,4 28,5 23 26 24,6 22,6 23,6 | 23,6 | | | | | |
| 21 | 190 | 205 | 196 | 391 | 409 | 396 | 27.6 | 20,5 | 27.8 | 24,5 | 19,5 | 25 | 21,5 | 196 391 409 396 27.6 20,5 27.8 24,5 19,5 25 21,5 19,5 21,5 | 21,5 | | | | 1 | |
| 2m | 182 | 197 | 186 | 391 | 404 | 395 | 28,4 | 23 | 29,1 | 24,5 | 20,5 | 97 | 20,6 | 391 404 395 28,4 23 29,1 24,5 20,5 26 20,6 18,5 19,5 | 19,5 | | | | | |
| 2n | 182 | 182 | | 376 375 | 375 | | 26,5 26,3 | 26,3 | | | | | | | | 76,4 0,24 0,21 0,21 0,05 | 0,24 | 0,21 | 0,21 | 0,0 |
| , | 1 88 | 188 105 | | 173 | 73 380 | | 27.1 25.3 | 25,3 | | | | | | _ | | 75,4 0,20 0,16 0,14 0,04 | 0,20 | 0,16 | 0,14 | 0,0 |

Exemple 3

10

30

35

40

50

[0033] On a élaboré divers alliages dont les compositions sont indiquées dans le Tableau 5. Des plaques de laminage ont été coulées, scalpées, puis homogénéisées à une température comprise entre 460°C et 510°C pendant 3 h à 6 h. Après placage avec un alliage 1050, les plaques ont été laminées à chaud jusqu'à une épaisseur finale supérieure ou égale à 4 mm; pour des épaisseurs inférieures, on a laminé les bandes à froid. Les tôles découpées à partir de ces bandes ont été soumises à une mise en solution typique pour ces types d'alliages indiquée dans le Tableau 6 (voir prEN 4211 de juillet 95), trempées, mûries (au moins 48 h à température ambiante). Ensuite on a effectué un écrouissage à froid par défripage, suivi d'une traction contrôlée avec une déformation permanente visée de 1,5 %. Les résultats sont rassemblés dans le tableau 6.

Les exemples 3s, 3t, 3u, 3v, 3w, 3x correspondent à la présente invention. Les exemples 3e, 3f, 3g, 3h, 3i, 3j, 3k, 3L, 3m, 3n, 3p, 3q, 3r correspondent à l'art antérieur. Les exemples 3a, 3b, 3c, 3d correspondent aux exemples 2h, 2f, 2L at 2m de l'exemple 2; ils figurent ici à titre de comparaison pour représenter un 2024 état W selon l'art antérieur.

[0034] Lorsque l'on compare les tôles utilisées dans le procédé selon l'invention (composition optimisée à l'état T3) aux tôles utilisées dans les procédés selon l'art antérieur, c'est-à-dire un alliage 2024 à l'état T3 (exemples 3s, 3t, 3u, 3v, 3w) ou W (exemples 3a, 3b, 3c, 3d)), on constate que pour une épaisseur donnée, le procédé selon l'invention conduit à une meilleure formabilité, telle qu'elle ressort de l'allongement à rupture et surtout des valeurs LDH et CLF. Le retour élastique est moins élevé que selon l'art antérieur.

Plus particulièrement, lorsque la composition chimique se situe dans le domaine préférentiel, le procédé conduit à une amélioration de la formabilité telle qu'elle est caractérisée par les paramètres qui viennent d'être énumérés. Il est possible d'effectuer une mise en forme beaucoup plus sévère qu'à l'état T3 de l'art antérieur, ou même supprimer la mise en solution puisque le procédé selon l'invention conduit à un produit à l'état T3 qui a des propriétés de formabilité au moins aussi bonnes que le produit à l'état W issu du procédé selon l'art antérieur.

[0035] Par ailleurs, on a effectué sur deux tôles un étirage conduisant à un allongement total de 3% ou 5 %, et on a mesuré avant et après étirage les propriétés de tolérances aux dommages, à savoir la ténacité K_{C0} et K_C dans les sens T-L et L-T. On a également mesuré les caractéristiques mécaniques dans le sens T-L. Les résultats sont rassemblés dans le Tableau 7.

[0036] On constate que le procédé selon l'invention ne conduit pas, après mise en forme par étirage, à une diminution notable des propriétés de tolérance aux dommages, contrairement au procédé selon l'art antérieur. On constate même que le procédé selon l'invention améliore la tolérance aux dommages sur un état étiré, soit l'état dans lequel se trouve la pièce à l'état fini.

Tableau 5

5

| 1 | Mg | Mn | Fe | Si | Ep.de bobinage | temp.de | mise en solution | épaisseur | |
|-------------|------|------|--------|-------|----------------|----------------|------------------|-----------|-----|
| | | | | | après LàC | bobinage après | | finale | |
| | (%) | % | 8 | (%) | [mm] | LàC [°C] | | [mm] | |
| 1 | 1.48 | 0,63 | 0,18 | 60'0 | 4,0 | 287 | 496°C / 13 min | 1,6 | ant |
| 4.14 | 1.38 | 0,50 | 0,14 | 0,07 | 4,2 | 304 | 498,5°C / 13 min | 2,0 | ant |
| 4.24 | 1.51 | 0,62 | 0,16 | 0,07 | 5,8 | 291 | 498°C / 13 min | 3,2 | ant |
| 4.35 | 1.51 | 0,64 | 0,19 | 0,11 | 6,5 | 307 | 498°C / 13 min | 3,2 | ant |
| 4.32 | 1,41 | 0,50 | 0,17 | 0,09 | 5,1 | 325 | 498,5°C / 23 min | 5,1 | inv |
| 4.12 | 1.29 | 0,49 | 0,17 | 80,0 | 4,0 | 290 | 496,5°C / 11 min | 1,6 | inv |
| 4 15 | 1.32 | 0.39 | 0.078 | 0,040 | 4,0 | 284 | 500°C / 20 min | 1,6 | inv |
| 00 4 | 1.25 | 0.43 | 990.0 | 0,036 | 4,0 | 307 | 498°C / 11 min | 1,8 | inv |
| 4.15 | 1 28 | 0.40 | 0,10 | 0,05 | 4,0 | 304 | 498,5°C / 13 min | 1,6 | in. |
| 4 05 | 1 27 | 0.41 | 90'0 | 0,004 | 4,0 | 307 | 496°C / 11 min | 1,6 | inv |
| 4 20 | 1 42 | 0.48 | 0,176 | 0,087 | 5,8 | 327 | 498,5°C / 20 min | 3,2 | inv |
| 1 3 1 | 1 38 | 0.34 | 0.13 | 0,08 | 5,8 | 324 | 498,5°C / 19 min | 3,2 | inv |
| 151 | 1 32 | 0 39 | 0.078 | 0,040 | 5,8 | 279 | 500°C / 40 min | 3,2 | inv |
| 4 15 | 1 2 | 0.39 | 0.078 | 0,040 | 5,8 | 279 | 498,5°C / 19 min | 3,2 | ìū |
| 12.4 | 3,8 | 0.34 | 0.13 | 0.08 | 6,4 | 331 | 498°C / 19 min | 4,0 | inv |
| 7 7 | 1 33 | 0 30 | 0.078 | 0,040 | 6,5 | 254 | 500°C / 45 min | 6,4 | inv |
| <u>ما</u> د | 1 25 | 0.43 | 9900 | 0.036 | 5,0 | | 500°C / 33 min | 5,0 | inv |
| 3 | 1,43 | 21.5 | 2,7,55 | | | | | | |

EP 1 045 043 A1

5

| ant | ant | ant | ant | ant | inv |
|--------------------|--------------------|--------------------|--------------------|--------------------|---------------------|
| 1,6 | 2 | 1,6 | 3,2 | 5,1 | 1.6 |
| 496,5°C / 11 min | 498,5°C / 13 min | 496,5°C / 11 min | 498,5°C / 19 min | 498,5°C / 23 min | 500° / 30 min |
| 287 | 308 | 304 | 314 | 325 | |
| 4,0 | 4,0 | 4,0 | 5,8 | 5,1 | |
| 60,0 | 0,07 | 0,07 | 0,11 | 60,0 | 0.036 |
| ,48 0,63 0,18 0,09 | ,38 0,50 0,14 0,07 | .38 0,51 0,15 0,07 | .51 0,63 0,19 0,11 | ,41 0,50 0,17 0,09 | 25 0 43 0.066 0.036 |
| 0,63 | 0,50 | 0,51 | 0,63 | 0,50 | 0.43 |
| 1,48 | 1,38 | 1,38 | 1,51 | 1,41 | 1 25 |
| 4,39 | 4,14 | 4,30 | 4,35 | 4,32 | 4 00 |
| 38 | 3t | 3u | 3v | 3w | , |
| | | | | | |

Tableau 6

| Ĕ | ép. | R | R _{p0.2} [MPa] | a] | \\\\\\\\\\\\\\\\\\\\\\\\\\\\\\\\\\\\\\ | R _m [MPa] | - | | A [%] | | | A ₈ [%] | | | A _{tp} [%] | | ГДН | | CLF | 4 | | retour |
|----------|-----|-----|-------------------------|-----|--|----------------------|-----|-----------|---------------------|----------------|-----------|--|----------------|------|---------------------|------|------|---------|---------|--------------|------|-----------|
| | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | İ | | élastique |
| | E | F | | 45° | E | ,1 | 45° | 11. | ٦ | 45° | π | L 4 | 45° T | 71 | 7 | 45° | | L = 500 | 200 | L = 300 | 300 | |
| | | : | | ! | | | | | | | ! ! | | | | | | | 13 | 23 | 3 | 62 | |
| 3a/ant | 1.6 | 182 | 193 | 181 | 381 | 390 | 377 | 24,4 18,8 | | 23,2 | 22,5 | 23,2 22,5 17,8 21,5 19,3 | 1,5 | | 18,9 | 22,2 | | | | | | 0,15 |
| 3b/ant | 2.0 | 7 | 175 | | 373 | 374 | | 24 | 22,6 | | | | | | | | 6,99 | 91,0 | 0,15 | 0,15 | 0,05 | |
| 3c/ant | 3,2 | 190 | 205 | 196 | 391 | 409 | 396 | 27,6 | 20,5 | 20,5 27,8 24,5 | | 19,5 25,0 21,5 | 25,0 ; | 21,5 | 19,5 | 21,5 | | | | | | |
| 3d/ant | 3.2 | 182 | 197 | 186 | 391 | 404 | 395 | 28,4 | 23 | 29,1 | 29,1 24,5 | 20,5 26 | \neg | 50,6 | 18,5 | 19,5 | | | | | | |
| 3e/ant | 5.1 | 188 | 195 | | 373 | 380 | | 27,1 25,3 | 25,3 | | | | _ | | | | 75,4 | 0,20 | 9,16 | 0,14 | 0,04 | |
| 3f/inv | 9.1 | 309 | 346 | 309 | 436 | 449 | 433 | 19 | <u>8</u> 2 | 23 | 16,5 | 16,5 16,5 20,5 | | 91 | 17,8 | 61 | 70,4 | | | | | |
| 30/inv | 9 | 302 | _ | 312 | 435 | 448 | 433 | 21,2 | 21,2 19,2 | 21,9 | 18,5 | 18,5 17,5 19,5 | 19,5 | 20,7 | 16,4 | 9,61 | 74,8 | | | _ | | |
| 3h/inv | 8. | 295 | 335 | | 433 | 448 | | 22,0 | 17,5 | | | | 1 | | | | 72,5 | 0,23 | 0,14 | 0,20 | 0,02 | |
| 3i/inv | 1.6 | 290 | | | 428 | | | 24,6 | | | | | 1 | | | | 76.2 | 1 | | | | |
| 3j/inv * | 1,6 | 277 | | | 430 | | | 20 | | | | | | | | | | 1 | _ | | _ | 0,12 |
| 3k/inv | 3,2 | 295 | 351 | 319 | 444 | 457 | 4 1 | | 22,3 | 21,0 | 19,0 | 25,6 22,3 21,0 19,0 18,0 17,0 19,4 | 17,0 | 19,4 | 17,7 | 18,7 | 26.0 | | 1 | _ | _ | |
| 3L/inv | 3,2 | 309 | 321 | 296 | 444 | 449 | 438 | 26,1 | 24,9 | 27,1 | 20,0 | 26,1 24,9 27,1 20,0 21,0 20,0 20,6 | 20,0 | 20,6 | 19,3 | 22,5 | 85,4 | + | _ | 1 | 1 | |
| 3m/inv | 3,2 | 302 | 348 | 302 | 442 | 456 | 438 | 25,3 | 25,3 22,5 27,3 | 27,3 | 19,5 | 19,5 18,0 22,0 20,4 | 22,0 | 20,4 | 19,2 | 22,1 | 81.7 | _ | | | | |
| 3n/inv | 3,2 | 310 | 334 | 304 | 441 | 455 | 433 | _ | 25,4 22,2 25,2 | 25,2 | 21,5 | 18,0 | 18,0 19,0 20,5 | 20,5 | 19,0 | 21,8 | | _ | 1 | 1 | | |
| 3p/inv | 4,0 | 302 | 324 | 297 | 442 | 452 | 440 | 21,5 | 21,5 21,5 25,5 18,5 | 25,5 | 18,5 | 18,5 | 18,5 20,5 21,5 | | 20,3 | | 87.8 | 1 | \perp | \downarrow | 1. | |
| 3a/inv | 6,4 | | 307 341 | 316 | 448 | 458 | 446 | 22,6 | 22,9 | 23,4 | 18,5 | 458 446 22,6 22,9 23,4 18,5 19,5 17,5 22,7 | 17,5 | | 23,3 | 25,5 | 84,7 | _ _ | | | | |

| 0,14 (**) | | | | | |
|-----------|--|--|---|--|---|
| j | 0,03 | | | 0,02 | |
| | 0,15 | | | 0,13 | |
| | 0,14 | | | 0,16 | |
| | 0,17 | | | 0,17 | |
| 0'69 | 70,0 | | 71,1 | 75,4 | 77.0 |
| 17,6 | | | 20,5 | | |
| 15,1 | | | 16,7 | | |
| 14,8 | | | 18,8 | | |
| 15,5 | | | 17,5 | | |
| 13,5 | | | 16,5 | | |
| 14,5 | | | 16,0 | | |
| 19,4 | | | 22,2 | | |
| 16,4 | 20,4 | 18,3 | 20,4 | | 24.1 23.9 |
| 17,8 | 19,5 | 20,1 | 19,5 | 21,5 | 24.1 |
| 443 | | | 457 | | |
| 463 | 444 | 453 | 471 | | 32 437 |
| 459 | 438 | 445 | 458 | 446 | 432 |
| 322 | | | 338 | | |
| 368 | 334 | 362 | 364 | | 120 |
| 318 | 302 | 317 | 327 | 307 | 205 |
| 9,1 | 2,0 | 9,1 | 3,2 | 5,0 | 1 |
| 3s/ant | 3t/ant | 3u/ant | 3v/ant | 3w/ant | 3x/in: 1 6 295 320 |
| | 3s/ant 1,6 318 368 322 459 463 443 17,8 16,4 19,4 14,5 13,5 15,5 14,8 15,1 17,6 69,0 | 1,6 318 368 322 459 463 443 17,8 16,4 19,4 14,5 13,5 15,5 14,8 15,1 17,6 69,0 2,0 302 334 438 444 19,5 20,4 20,4 70,0 0,17 0,17 0,14 0,15 0,03 | 1,6 318 368 322 459 463 443 17,8 16,4 14,5 13,5 15,5 14,8 15,1 17,6 69,0 0,17 0,14 0,15 0,03 2,0 302 334 445 445 19,5 20,4 18,3 | 1,6 318 368 322 459 463 443 17,8 16,4 19,4 14,5 13,5 15,5 14,8 15,1 17,6 69,0 0,17 0,14 0,15 0,03 2,0 302 334 438 444 19,5 20,4 8 16,0 16,5 17,5 18,8 16,7 20,5 71,1 9 | 1,6 318 368 322 459 463 443 17,8 16,4 14,5 13,5 15,5 14,8 15,1 17,6 69,0 917 0,14 0,15 0,03 2,0 30,2 334 448 445 19,5 20,4 20,2 16,0 16,5 17,5 18,8 16,7 20,5 71,1 30,0 30,0 30,1 |

Tableau 7

| Ex | R _{p0,2} (TL) [MPa] | R _m (TL) [MPa] | A% | K _{c0} (T-L) [MPa√m] | K _C (T-L) [MPa√m] | K _{C0} (L-T) [MPa√m] | K _C (L-T) [MPa√m] |
|--------|---------------------------------|------------------------------|------|----------------------------------|---------------------------------|----------------------------------|---------------------------------|
| 3u | 317 | 445 | 20,1 | 78 | 122 | 93,1 | 139,6 |
| 3u(*) | 353 | 455 | 17 | 74,1 | 103,6 | 88,5 | 116,3 |
| 3x | 295 | 432 | 24,1 | 81,6 | 137,7 | 91 | 148,3 |
| 3x (*) | 358 | 455 | 16,2 | 85,6 | 129,7 | 93,3 | 137,5 |
| 3x (£) | 344 | 452 | 18,8 | 84,2 | 131,3 | 95,4 | 138,5 |

^(*) après 5 % d'allongement total sur état T4

Revendications

5

10

15

20

25

30

35

40

45

50

55

- 1. Procédé de fabrication de pièces fortement déformées en alliage AlCuMg comportant les étapes suivantes:
 - a) coulée d'une plaque de composition (% en poids): Cu: 3.8 4.5 Mg: 1.2 1.5 Mn: 0.3 0.5 Si < 0.25 Fe < 0.20 Zn < 0.20 Cr < 0.10 Zr<0.10 Ti < 0.10
 - b) éventuellement homogénéisation à une température comprise entre 460 et 510°C entre 2 et 12 h, et prétérentiellement à une température comprise entre 470 et 500°C pour une durée entre 3 et 6 h,
 - c) laminage à chaud avec une température d'entrée comprise entre 430 et 470°C, et de préférence comprise entre 440 et 460°C,
 - d) éventuellement laminage à froid de la bande,
 - e) éventuellement recuit de la bande à une température comprise entre 350 et 450°C,
 - f) découpe des tôles,
 - g) mise en solution entre 480 et 500°C, d'une durée comprise entre 5 mn et 1 h,
 - h) trempe,
 - e) mise en forme par un ou plusieurs procédés tels que l'étirage-formage, l'emboutissage, le fluotournage ou le pliage, cette mise en forme pouvant également intervenir après l'étape f).
- Procédé selon la revendication 1, caractérisée en ce qu'une première mise en forme a lieu avant la mise en solution et que la pièce formée est soumise, après mise en solution et trempe, au procédé suivant:
 - a) éventuellement transfert immédiat de la pièce fraîchement trempée dans une chambre froide à une température inférieure à 10°C et préférentiellement inférieure à 0°C ,
 - b) moins d'une heure après la trempe ou la sortie de la pièce de la chambre froide, nouvelle mise en forme de la tôle par un ou plusieurs procédés tels que l'étirage-formage, l'emboutissage, le fluotournage ou le pliage.
 - Procédé de fabrication de pièces fortement déformées en alliage AlCuMg selon la revendication 1, comportant la fabrication d'une tôle par les étapes suivantes:
 - a) coulée d'une plaque de composition (% en poids): Cu: 3.8 4.5 Mg: 1.2 1.5 Mn: 0.3 0.5 Si < 0.25 Fe < 0.20 Zn < 0.20 Cr < 0.10 Zr < 0.10 Ti < 0.10 ,
 - b) éventuellement homogénéisation à une température comprise entre 460 et 510°C entre 2 et 12 h, et prétérentiellement à une température comprise entre 470 et 500°C pour une durée entre 3 et 6 h,
 - c) laminage à chaud avec une température d'entrée comprise entre 430 et 470°C, et préférentiellement comprise entre 440 et 460°C,
 - d) découpe des tôles,

ces tôles présentant, dans les sens L et LT, un allongement à rupture A supérieur à 13,5% et préférentiellement supérieur à 15%, et étant utilisées pour la fabrication de pièces fortement déformées par les étapes suivantes:

e) mise en forme de la tôle par un ou plusieurs procédés tels que l'étirage-formage, l'emboutissage, le fluotournage ou le pliage,

^(£) après 3 % d'allongement total

- f) mise en solution des pièces formées à une température comprise entre 480 et 500°C, d'une durée comprise entre 5 mn et 1 h,
- g) trempe.

25

30

35

40

45

- 4. Procédé selon l'une des revendications 1 à 3, caractérisé en ce que la tôle est plaquée sur une face ou sur les deux faces par une autre tôle en alliage d'aluminium.
 - 5. Procédé selon l'une des revendications 3 ou 4, caractérisé en ce que la température de sortie du laminage à chaud est >300°C, et de préférence >310°C.
- 6. Procédé selon l'une des revendications 1 à 5, caractérisé en ce que l'on effectue un laminage à froid entre le 10 laminage à chaud et la découpe des tôles.
- 7. Procédé selon l'une quelconque des revendications 1 à 6, caractérisé en ce que la teneur en Cu est comprise entre 3,9 et 4,3%, et préférentiellement entre 3,9 et 4,2%. 15
 - 8. Procédé selon l'une quelconque des revendications 1 à 7, caractérisé en ce que la teneur en Mg est comprise entre 1,2 et 1,4 %, et préférentiellement entre 1,25 et 1,35 %.
- 9. Procédé selon l'une quelconque des revendications 1 à 8, caractérisé en ce que la teneur en Mn est comprise 20 entre 0,30 et 0,45 %.
 - 10. Procédé selon l'une quelconque des revendications 1 à 9, caractérisé en ce que la teneur en Si est inférieure à 0,10% et de préférence inférieure à 0,08%.
 - 11. Procédé selon l'une quelconque des revendications 1 à 10, caractérisé en ce que la teneur en Fe est inférieure à 0,10%.
 - 12. Procédé selon l'une quelconque des revendications 1 à 11, caractérisé en ce que Zn < 0,20%, Cr < 0,07% et de préférence < 0,05% , Zr < 0,07% et de préférence < 0,05 % , Ti 0,07% et de préférence < 0,05%.
 - 13. Procédé de fabrication de pièces fortement déformées en alliage AlCuMg selon la revendication 1, comportant les étapes suivantes:
 - a) coulée d'une plaque de composition (% en poids): Cu: 3,8 4,5 Mg: 1,2 1,5 Mn: 0,3 0,5 Si < 0,25 Fe < 0,20 Zn < 0,20 Cr < 0,10 Zr < 0,10 Ti < 0,10,
 - b) éventuellement homogénéisation à une température comprise entre 460 et 510°C entre 2 et 12 h, et de préférence à une température comprise entre 470 et 500°C pour une durée entre 3 et 6 h,
 - c) laminage à chaud avec une température d'entrée comprise entre 430 et 470°C, et préférentiellement comprise entre 440 et 460°C,
 - d) éventuellement laminage à froid,
 - e) découpe des tôles,
 - f) mise en solution des tôles entre 480 et 500°C d'une durée comprise entre 5 mn et 1h,

 - h) mise en forme des tôles par un ou plusieurs procédés tels que l'étirage-formage, l'emboutissage, le fluotournage ou le pliage.
 - 14. Procédé selon la revendication 13, caractérisé en ce que la teneur en Cu est comprise entre 3,9 et 4,3%, et préférentiellement entre 3,9 et 4,2%.
 - 15. Procédé selon l'une des revendications 13 ou 14, caractérisé en ce que la teneur en Mg est comprise entre 1,2 et 1,4% et préférentiellement entre 1,25 et 1,35%.
 - 16. Procédé selon l'une quelconque des revendications 13 à 15, caractérisé en ce que la teneur en Mn est comprise entre 0,30 et 0,45%, 55
 - 17. Procédé de fabrication de pièces fortement déformées en alliage AlCuMg selon l'une des revendications 13 à 16 comportant la fabrication de tôles par les étapes suivantes:

- a) coulée d'une plaque de composition (% en poids): Cu: 4 4,5 Mg: 1,25 1,45 Mn: 0,30 0,45 Si < 0,10 Fe < 0,20 Zn < 0,20 Cr < 0,05 Zr < 0,03 Ti < 0,05 ,
- b) éventuellement homogénéisation à une température comprise entre 460 et 510°C entre 2 et 12 h, et prétérentiellement à une température comprise entre 470 et 500°C pour une durée entre 3 et 6 h,
- c) laminage à chaud avec une température d'entrée comprise entre 430 et 470°C, et préférentiellement comprise entre 440 et 460°C,
- d) éventuellement laminage à froid,
- e) découpe de tôles,
- f) mise en solution de ces tôles à une température comprise entre 480 et 500°C entre 5 mn et 1 h,
- f) trempe,

5

10

20

30

35

40

45

50

ces tôles étant utilisées pour la fabrication de pièces fortement déformées par un ou plusieurs procédés tels que l'étirage-formage, l'emboutissage, le fluotournage ou le pliage.

- 18. Procédé selon l'une des revendications 13 à 17, caractérisé en ce que on opère la mise en forme moins d'une heure après la trempe.
 - 19. Procédé selon l'une des revendications 13 à 17, caractérisé en ce qu'entre la trempe et la mise en forme, la tôle fraîchement trempée est stockée dans une chambre froide à une température inférieure à 0°C.
 - 20. Procédé selon l'une des revendications 18 ou 19, caractérisé en ce que la tôle laminée à chaud montre pour une épaisseur de 5 mm une courbe limite de formage caractérisée par une valeur ε₁ > 0,18 pour L = 300 mm, ou ε₁ > 0,22 pour L = 500 mm.
- 21. Procédé selon l'une des revendications 13 à 17, caractérisé en qu'entre la trempe et la mise en forme, on effectue un écrouissage à froid par laminage ou defripage, suivi d'une traction contrôlée avec une déformation permanente comprise entre 0,5 et 5%.
 - 22. Procédé selon la revendication 21, caractérisé en ce que la tôle mise en solution, trempée, écrouie à froid par laminage ou défripage et éventuellement tractionnée avec une déformation permanente comprise entre 0,5 et 5%, présente au moins un des ensembles de propriétés suivants:

a) ု

- une valeur moyenne des trois valeurs de l'allongement A mesurées dans les sens TL, L et à 45°, supérieure à 20% et de préférence supérieure à 22%, et
- une valeur moyenne des trois valeurs R_{p0,2} mesurées dans les sens TL, L et à 45°, supérieure à 305 MPa, et
- une valeur LDH supérieure à 72 mm pour une épaisseur de 1,6 mm, ou une valeur LDH supérieure à 76 mm pour une épaisseur de 3,2 mm, ou une valeur LDH supérieure à 80 mm pour une épaisseur comprise entre 4 et 7 mm;

b)

une valeur moyenne des trois valeurs R_{p0,2} mesurées dans les sens TL, L et à 45° supérieure à 305 MPa, et
 une valeur moyenne des trois valeurs Ag mesurée dans les sens TL, L et à 45° supérieure à 18%;

c)

- une valeur moyenne des trois valeurs de l'allongement A mesurées dans les sens TL, L et à 45°, supérieure
 à A > 22%, et
- une valeur moyenne des trois valeurs R_{p0,2} mesurées dans les sens TL, L et à 45° supérieure à 305 MPa, et
- une valeur moyenne des trois valeurs Ag % mesurées dans les sens TL, L et à 45° supérieure à 18%;

55 d)

une valeur moyenne des trois valeurs R_{p0,2} mesurées dans les sens TL, L et à 45°, supérieure à 305 MPa, et

- une valeur moyenne des trois valeurs de traction plane Atp mesurées dans les sens TL, L et à 45°, supérieure à 18%,
- une valeur LDH supérieure à 72 mm pour une épaisseur de 1,6 mm, ou une valeur LDH supérieure à 76 mm pour une épaisseur de 3,2 mm, ou une valeur LDH supérieure à 80 mm pour une épaisseur comprise entre 4 et 7 mm.
- 23. Procédé selon l'une des revendications 21 et 22, caractérisé en ce que la tôle mise en solution, trempée, écrouie à froid par laminage ou défripage et éventuellement tractionnée avec une déformation permanente comprise entre 0,5 et 5%, présente au moins une des trois propriétés suivantes:
 - (a) la valeur LDH est supérieure à 40 mm pour une épaisseur inférieure à 4 mm, ou supérieure à 74 mm pour une épaisseur supérieure à 4 mm,
 - (b) la courbe limite de formage montre un coefficient $\varepsilon_1 > 0.18$ pour L = 500 mm pour une épaisseur comprise entre 1,4 mm et 2 mm,
 - (c) la courbe limite de formage montre un coefficient $\epsilon_1 > 0,35$ pour L = 500 mm pour une épaisseur comprise entre 5,5 mm et 8 mm.
- 24. Procédé selon l'une des revendications 21 à 23, caractérisé en ce que la tôle mise en solution, trempée, écrouie à froid par laminage ou défripage et éventuellement tractionnée avec une déformation permanente comprise entre 0,5 et 5%, présente au moins l'une des propriétés suivantes:
 - (a) K_c (L-T) > 120 MPa√m
 - (b) K_{c0} (L-T) > 90 MPa√m
 - (c) K_c (T-L) > 125 MPa√m
 - (d) K_{c0} (T-L) > 80 MPa√m

5

10

15

20

25

35

40

45

50



RAPPORT DE RECHERCHE EUROPEENN

Numéro de la demande EP 00 42 0071

| DO | CUMENTS CONSIDERE | S COMME PERTINEN | TS | |
|--|--|--|--|---|
| Catégorie | Citation du document avec in des parties pertin | ndication, en cas de besoin, | Revendication concernée | CLASSEMENT DE LA DEMANDE (Ins.CL7) |
| D,A | EP 0 731 185 A (PECH 11 septembre 1996 (1 * revendications 1-3 * tableaux 1-5 * * exemples 1-3 * | 1996-09-11) | 1-24 | C22C21/16 C22F1/057 |
| D,A | WO 96 29440 A (KAIS) 26 septembre 1996 (* revendications 1-2 * exemples 1-3 * | l99609-26) | RP) 1-24 | |
| A | EP 0 489 408 A (ALUI 10 juin 1992 (1992— + revendications 1— | D6-10) | 1-24 | |
| Α, | US 4 784 921 A (HYLL 15 novembre 1988 (19 * revendications 1- | 988-11-15) | 1-24 | |
| D,A | EP 0 473 122 A (ALU 4 mars 1992 (1992-0 + revendications 1- | 3-04) | 1-24 | DOMAINES TECHNIQUES RECHERCHES (InLCL7) |
| | - Tevenoreaevone 1 | <u>· · · · · · · · · · · · · · · · · · · </u> | | C22C C22F |
| | | | | |
| | | | | |
| | | | | |
| | | | | |
| | | | | |
| Les | présent rapport a été établi pour to | utes les revendications | | |
| | Lleu de la recherche | Date d'achivement de la rechard | | Examinatour |
| Ì | LA HAYE | 5 juin 2000 | | lassi, E |
| X:ps Y:ps au | CATEGORIE DES DOCUMENTS CITI articulièrement pertinent à lui seul urticulièrement pertinent en combinales are document de la même catégorie rière-plan tachnologique | E : docume date de D : cité de L : cité pou | ou principe à la base de nt de brevet antérieur, dépôt ou après cette de s la demande r d'autres raisons | mass publis s iz |
| 1 0·4 | Nulgation non-écrité ocument intercalaire | a : memore | о че на гление натише, о | Control of the second control of the second |

ANNEXE AU RAPPORT DE RECHERCHE EUROPEENNE RELATIF A LA DEMANDE DE BREVET EUROPEEN NO.

EP 00 42 0071

La présente annexe indique les membres de la famille de brevets relatifs aux documents brevets cités dans le rapport de recherche européenne visé ci-dessus.

Les dits members sont comenus au lichier informatique de l'Office européen des brevets à la date du Les renseignements foumis sont donnés à titre indicatif et n'engagent pas la responsabilité de l'Office européen des brevets.

05-06-2000

| Document brevet cit au rapport de recherc | té the | Date de publication | | Aembre(s) de la mille de brevet(s) | Date de publication |
|--|-----------|---------------------|--|--|--|
| EP 0731185 | A | 11-09-1996 | FR DE | 2731440 A 69606208 D | 13-09-1996 24-02-2000 |
| WO 9629440 | A | 26-09-1996 | AU EP JP US US | 5422096 A 0817870 A 11502264 T 5897720 A 5938867 A | 08-10-1996 14-01-1998 23-02-1999 27-04-1999 17-08-1999 |
| EP 0489408 | A | 10-06-1992 | CA JP | 2056750 A 5195172 A | 04-06-1992 03-08-1993 |
| US 4784921 | A | 15-11-1988 | AT CA DE EP JP WO US | 68529 T 1286208 A 3682059 A 0245464 A 63501581 T 8702712 A 4840852 A | 15-11-1991 16-07-1991 28-11-1991 19-11-1987 16-06-1988 07-05-1987 20-06-1989 |
| EP 0473122 | Α | 04-03-1992 | AU BR CA DE DE ES JP US | 657692 B 8270491 A 9103666 A 2049840 A 69125436 D 69125436 T 2102376 T 5339687 A 5213639 A | 23-03-1995 05-03-1992 19-05-1992 28-02-1992 07-05-1997 07-05-1998 01-08-1997 21-12-1993 25-05-1993 |

PO FORM POR

Pour tout renseignement concernant cette annexe : voir Journal Officiel de l'Office européen des brevets, No.12/82